

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-115578

(43)Date of publication of application : 16.05.1991

(51)Int.Cl.

C23C 16/50
B01J 2/00
B01J 2/16
B01J 19/08
B22F 1/02
C01B 21/06
C01B 21/068
C01B 21/082
C01B 31/36
C04B 36/00
C04B 36/56
C04B 36/58
C23C 16/32
C23C 16/34

(21)Application number : 01-253173

(71)Applicant : MITSUBISHI HEAVY IND LTD

(22)Date of filing : 28.09.1989

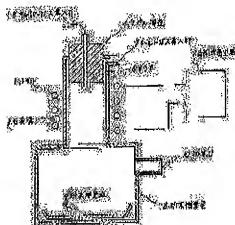
(72)Inventor : NOTOMI HIROSHI
TSUNODA HIDEO
TAKEDA YASUYUKI
KODAMA KATSU

(54) METHOD FOR COATING POWDER PARTICLE

(57)Abstract:

PURPOSE: To efficiently coat powder particles with the compd. of the metal of a metal halide and nitrogen element by supplying metal halide vapor and gaseous nitrogen into a heat resistant tube generated by plasma and further supplying the powder particles thereto.

CONSTITUTION: Gaseous Ar is supplied from a shielding gas introducing part 7 and a carrier gas introducing hole 5 into a quartz tube 3 and is filled thereon. The plasma is generated by the operation of a high-frequency generator 2 and a high-frequency output is increased. Cooling water is circulated to the quartz tube 3 and a nozzle structure 4. While H₂ is supplied



from the introducing part 7, the high frequency output is increased and, thereafter, a TiCl_4 soln. kept at a prescribed temp. is supplied from the introducing part 7 into the quartz tube 3 by the gaseous Ar. The gaseous N_2 is supplied therein as well. SiC powder is supplied from the introducing hole 5 into the quartz tube 3 and is brought into reaction, by which the surface of the SiC powder is coated with TiN . This powder is deposited on a powder capturing tray 9 in a powder capturing chamber 8. The coating of the surface of the SiC powder with the TiN is efficiently executed at the high speed in this way.

③ 日本国特許庁(JP)

④ 特許出願公開

⑤ 公開特許公報(A) 平3-115578

⑥ Int. Cl.⁸C 23 C 16/00
B 01 J 2/00
2/18

識別記号

序内整理番号

B

8722-4K
6701-4G
6701-4G※

⑦ 公開 平成3年(1991)5月16日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑧ 発明の名称 粉末粒子のコーティング方法

⑨ 特 願 平1-253173

⑩ 出 願 平1(1989)9月28日

⑪ 発 明 者 納 富 啓 長崎県長崎市地の浦町1番1号 三菱重工株式会社長崎研究所内
 ⑫ 発 明 者 角 田 英 雄 長崎県長崎市地の浦町1番1号 三菱重工株式会社長崎研究所内
 ⑬ 発 明 者 武 田 恭 之 長崎県長崎市地の浦町1番1号 三菱重工株式会社長崎研究所内
 ⑭ 発 明 者 児 玉 克 長崎県長崎市地の浦町1番1号 三菱重工株式会社長崎研究所内
 ⑮ 出 願 人 三菱重工株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番1号
 ⑯ 代 理 人 弁 理 士 塚 本 正 文 外 1 名

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

粉末粒子のコーティング方法

2. 特許請求の範囲

プラズマ熱処理のガスが汚染された耐熱管を回復するコイルに高周波電波を適度してプラズマを発生させる第1工程と;上記耐熱管内に金属ハロゲン化物溶液又は炭化水素ガス、窒素ガス又はアンモニアガスのうちの少なくとも1種のガスを供給する第2工程と、上記耐熱管内に粉末粒子を供給しそれに上記金属ハロゲン化物の金属と炭素又は炭素のうちの少なくとも1種の元素との化合物をコーティングする第3工程とよりなることを特徴とする粉末粒子のコーティング方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は粉末粒子のコーティング方法に関する。
 (従来の技術)

Si, N, O, Al, C で代表されるセラミックスは一般に焼結体として産業上に用いられるが、これ等の焼結体を形成する際に、上記の諸成分セラミックス粉末を焼結、焼結するものでは、焼結体は形成されないことは周知の事実である。

そこで、このような材料を焼結させるために焼結面を添加し、例えば Si, N, O では Y, O, Al, C, O, C, Si, C では D, C を添加し、また Al, O, C は焼結時の結晶粒界析出物を抑制するために B, O を添加し、更に W, O を焼結する際にはバインダーとして C, O が一般的に用いられている。

このように、粉末粒子の焼結は、それぞれ助剤を添加する必要があるため、そのプロセス及び管理が煩雑であり、また助剤を添加するためには焼結材料本来の特性を損うことが多い。

そこで、焼結材料粉末粒子の表面に焼結を促進する物質、又は焼結体の特性を向上させる物質をコーティングすることが行われている。

特開平3-115578(2)

積炭粒子脱離のコーティング技術に関して、炭化粉塵の付着が一部認められているが、コーティング速度が遅く、粗率が悪く、またコーティング装置が新しく、実用性が低い。

更に、めっき場もあるが炭化粉塵の付着と関係のある点がある。

〔発明が解決しようとする課題〕

本発明は、このような事情を踏みて提案されたもので、コーティング速度が遅く、コーティング材料の粗度が悪い、粗率及び適用性に優れた積炭粒子のコーティング方法を提供することを目指す。

〔課題を解決するための手段〕

そのために、本発明はプラズマ発光用のガスが充填された耐熱管を囲繞するコイルに高周波電流を流してプラズマを発生させる第1工程と、上記耐熱管内に金属ハロゲン化合物ガスと炭化水素ガス、窒素ガス又はアセチレンガスのうちの少なくとも1種のガスを供給する第2工程と、上記耐熱管内に積炭粒子を供給しそれに上記ガ

金属ハロゲン化合物の金属と炭素又は窒素のうちの少なくとも1種の元素との化合物をコーティングする第3工程とよりなることを特徴とする。

〔作用〕

、プラズマ発光用のガスが充填された耐熱管を囲繞するコイルに高周波電流を流してプラズマを発生させる第1工程により、耐熱管内を高周波で加熱したプラズマを発生させることができる。

また、上記耐熱管内に金属ハロゲン化合物ガスと炭化水素ガス、窒素ガス又はアセチレンガスのうちの少なくとも1種のガスを供給する第2工程により、コーティング物質を気体状態で上記耐熱管内へ供給することができる。

更に、上記耐熱管内に積炭粒子を供給し、それに上記金属ハロゲン化合物の金属と炭素又は窒素のうちの少なくとも1種の元素との化合物をコーティングする第3工程により、金属炭化物、金属窒化物又は金属炭窒化物を積炭粒子に塗布しコーティングすることができる。

〔実施例〕

本発明の一方の実施例を図面について説明すると、第1図は耐熱管の断面図において、1は高周波電流を流すコイルで、それは高周波発生装置2と電気的に接続されている。3はコイルに内挿された耐熱管で、それは図示される二重管構造により水冷されることができる。4は石英管3の上端部に接続されたノズル構造で、図示される冷却水により冷却される。

5はノズル構造4の内部に上下方向に貫通されたキャリアーガス導入孔である。6は石英管3の上端面とノズル構造5との間に形成された空間、7は石英管3の上端面に接続されたシールドガス導入部、8は石英管3の下端に接続された置換ガスの導入部、9は石英管3の端面に設置された排水溝、10は石英管3の端面に設置された排水口である。

このような構造において、まず、第1工程として、シールドガス導入部7に図示されるガス供給からアルゴンAを400cc/minの流量で

供給するとともに、キャリアーガス導入孔5に図示される積炭供給装置を介して同様にアルゴンBを300cc/minの流量で供給し、その結果石英管3内にアルゴンガスが充填したのち、高周波発生装置2を起動してプラズマを発生させ、高周波出力を20KWまで上昇させるとともに、石英管3、ノズル構造4に冷却水を循環する。

次に第2工程として、シールドガス導入部7から水素H₂を50cc/minの流量で供給しながら高周波出力を50KWまで上昇させ、プラズマが安定したのち、図示される置換ガタン発生器から80ccに保った置換ガタンTIC₂を、石英管3の50ccの流量でキャリアーガスでシールドガス導入部7から石英管3内に供給するとともに、窒素N₂を流量20cc/minでシールドガス導入部7から同様に石英管3内に供給する。

更に第3工程として、温度が500℃以下の炭化けい素SiC粉末を図示される積炭供給装置によってキャリアーガス導入孔5から300cc/min

特開号8-115578 (8)

の供給速度と石炭質内に供給する量、そこで、
 $2\text{FeCl}_2 + \text{N}_2 + 2\text{H}_2 \rightarrow 2\text{FeH} + 4\text{HCl}$

の反応が行われ炭化けい素粒子の表面に炭化チタン TiN がコーティングされたもの、精製精製室8内の精製精製室8上に炭化けい素粒子が堆積する。

そこで、精製室の炭化けい素堆積が精製できたならば、炭化チタン供給、炭素ガス、水素ガスの供給を停止し、プラズマの電力を低下させプラズマ発熱を停止し、その後アルゴンの供給を停止する。

なお、精製した炭化けい素粒子の表面には、 $0.1 \sim 0.3 \mu\text{m}$ 厚の炭化チタンが観察された。また、精製する精製を炭化けい素の代わりに炭化けい素 1N_2 とすることもできる。また、炭化チタンの代わりに炭化けい素 1C を、炭素の代わりに N_2 を供給すれば炭素表面に炭化けい素がコーティングできる。そして、炭化チタン TiC を、アルミニウム Al を供給することにより炭化チタンのコーティン

グが可能であり、炭化チタン、炭素及びチタン CH を供給すれば炭化チタン TiCN のコーティングも可能である。

このような方法によれば、精製粒子の表面に炭素炭化物、金属炭化物又は金属炭化物を堆積的にコーティングすることができるので、下記効果が生ずる。

- ① 精製粒子のコーティング速度が速いので、精製精製率が高くなり、従って精製率が向上する。
- ② コーティング材料の消費が少ないので、消耗量が低く、従って高効率が増加する。
- ③ 精製粒子の堆積に焼結防止を必要としないので、焼結工程が省略になり、従って電力が可能となる。
- ④ 精製粒子の堆積に焼結防止を必要としないので、焼結体の焼結の成長が抑制でき、従って焼結体の焼結の特性及び耐用性が向上する。

(発明の効果)

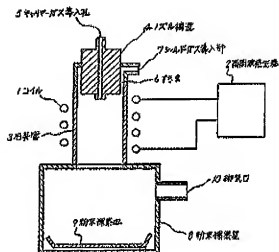
要するに本発明によれば、プラズマ発熱部のガスが供給された耐熱管を囲繞するコイルに高周波電流を流してプラズマを発生させる第1工程と、上耐熱管内に金属ハロゲン化合物炭素と炭化水素ガス、炭素ガス又はアルミニウムガスのうちの少なくとも1種のガスを供給する第2工程と、上耐熱管内に精製粒子を供給しそれに上記金属ハロゲン化合物の金属と炭素又は炭素のうちの少なくとも1種の元素との化合物をコーティングする第3工程とよりなることにより、コーティング速度が速く、コーティング材料の消費が低く、精製及び堆積に優れた精製粒子のコーティング方法を得るから、本発明は産業上極めて有益なものである。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例を示す縦断面図である。

- 1…コイル、2…高周波発生部、3…耐熱管、4…ノズル構造、5…アルミニウムガス導入孔、6…ガス管、7…アルミニウムガス導入部、8…精

製室、9…精製精製室、10…排気口、代理人 齊藤士 塚 本 邦 次



③Int. Cl.⁶

B	01	J	18/08
B	22	F	1/02
C	01	B	21/06
			21/06
			21/06
			31/36
C	04	B	36/00
			36/56
			36/56
C	23	C	16/32
			16/34

識別記号

片内整理番号

	K	6345-4G
	D	7511-4K
	M	7508-4G
	U	7508-4G
	K	7508-4G
	A	6345-4G
	B	8924-4G
1 0 1	Q	7412-4G
1 0 2	R	7412-4G
		8722-4K
		8722-4K